# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

11-269469

(43) Date of publication of application: 05.10.1999

(51)Int.CI.

C10C 5/00 A01N 65/00 A23L 3/3472 7/26 A61K A61K 35/78

(21)Application number: 10-075687

(71)Applicant: KAIHATSU KOJI KK

(22)Date of filing:

24.03.1998

(72)Inventor: MIYAGAWA TOMIO

# (54) PRODUCTION OF HIGH-QUALITY PYROLIGNEOUS ACID MATERIAL

# (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a process for eliminating substances harmful to organisms from crude pyroligneous acid and for producing a high-quality pyroligneous acid material which contains useful components and can be used as a compounding ingredient for cosmetics, medicines, and food.

SOLUTION: Substances harmful to organisms, i.e., formaldehyde, methanol, and a skin-irritating strongly acidic substance, are eliminated from crude pyroligneous acid by sufficiently mixing the crude pyroligneous acid with an active carbon powder under an acidic condition of a pH of 2.5 or lower, washing the carbon powder with pure water, efficiently eluting the effective components with an ethyl alcohol/ethyl acetate mixture, and evaporating the solvent layer to dryness; and the production of a high-quality pyroligneous acid material which contains useful components contained in the crude pyroligneous acid and can be used as a compounding ingredient for cosmetics, medicines, and food is made possible.

## **LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

12.10.1998

[Date of sending the examiner's decision of

rejection

[Kind of final disposal of application other than

the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3002170 12.11.1999 [Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision

of rejection

[Date of requesting appeal against examiner's

decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office



# (19)日本国特許庁(JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

# 特開平11-269469

(43)公開日 平成11年(1999)10月5日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	離別記号	FI
C10C 5/00		C10C 5/00
A01N 65/00	АЈА	A 0 1 N 65/00 A J A D
A 2 3 L 3/3472		A 2 3 L 3/3472
A61K 7/26		A 6 1 K 7/26
35/78	ADZ	35/78 ADZY
		審査請求 有 請求項の数11 OL (全 8 頁)
(21) 出願番号	特願平10-75687 平成10年(1998) 3月24日	(71) 出願人 591152791 開発工事株式会社 東京都新宿区新宿 1 丁目 6 番 5 号 (72) 発明者 宮川 富三雄 神奈川県相模原市南台 1 - 2 - 12 (74) 代理人 弁理士 若林 忠 (外 4 名)

# (54) 【発明の名称】 高品質木酢液原料の製造方法

## (57)【要約】

【課題】 粗木酢液中に含有される生体有害物質を除去し、有効成分を含有する化粧品、医薬品、食品の配合剤 として利用可能な、髙品質木酢液原料の製造法を提供することにある。

【解決手段】 粗木酢液を酸性下で活性炭粉末と十分混合し、活性炭粉末を精製水で洗浄後、エチルアルコール・酢酸エチルの混合溶剤で有効成分を効率良く溶出し、この溶剤層を蒸発乾固させることにより粗木酢液中に含まれる生体有害物質であるホルムアルデヒド、メタノール、皮膚易刺激性の強酸性物質を除去するとともに、粗木酢液中の有効成分を含有する化粧品、医薬品、食品の配合剤として使用可能な高品質木酢液原料の製造を可能にしたものである。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 粗木酢液をpH2.5以下の酸性下で活 性炭粉末と接触させ、粗木酢液中の有効成分を活性炭に 吸着させた後、活性炭層のホルムアルデヒドおよびメタ ノールを水で洗浄除去し、更に有効成分をエチルアルコ ールと酢酸エチルの混合溶媒相に溶出させ、有機溶剤相 を蒸発乾固するととを特徴とする髙品質木酢液原料の製

1

【請求項2】 エチルアルコールと酢酸エチルの混合比 が1:9ないし3:7の範囲であることを特徴とする請 10 求項1の木酢液原料の製造方法。

【請求項3】 請求項1で製造した高品質木酢液原料を 40~50%エチルアルコール水溶液に溶解したことを 特徴とする髙品質木酢液化粧品。

【請求項4】 請求項1で製造した髙品質木酢液原料を 界面活性剤を含有するスクアランで溶解したことを特徴 とする髙品質木酢液化粧品。

【請求項5】 請求項1で製造した高品質木酢液原料の 抗菌作用を利用する表在性皮膚・粘膜黄色ブドウ球菌、 MRSA感染症の医薬外用抗菌剤。

【請求項6】 請求項1で製造した高品質木酢液原料の 抗菌作用を利用する表在性皮膚・粘膜緑膿菌感染症の医 薬外用抗菌剤。

【請求項7】 請求項1で製造した高品質木酢液原料の 抗菌作用を利用する表在性皮膚・粘膜白癬菌症の医薬外 用抗菌剤。

【請求項8】 請求項1で製造した高品質木酢液原料の 各種病原性微生物に対する抗菌作用を利用する口腔用化 粧品。

【請求項9】 請求項1で製造した高品質木酢液原料を 0.1~50重量%範囲で含有することを特徴とする化 粧品。

【請求項10】 請求項1で製造した高品質木酢液原料 を0.1~50重量%範囲で含有することを特徴とする 医薬部外品。

請求項1で製造した高品質木酢液原料 【請求項11】 を1~50重量%の範囲で含有することを特徴とする殺 菌用食品添加材。

#### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、粗木酢液、粗竹酢 液中に存在する生体有害成分であるホルムアルデヒドお よびメタノールを除去し、フラバノール、タンニン、ポ リフェノール、クレゾール、クレオゾールなどの有効成 分を含有する髙品質木酢液、髙品質竹酢液(本発明では 一括して高品質粗木酢液の製造と総称する)の製造と、 とれを原料とした化粧品 (洗浄用、頭髪、基礎、メーク アップ、芳香、日焼け・日焼け止め、爪、アイライナ □唇、□腔、入浴)、表在性皮膚・粘膜感染症治療 剤(医薬品、医薬部外品)および清涼飲料水などの食品 50 せ、粗木酢液中の有効成分を活性炭に吸着させた後、活

に関するものである。

[0002]

【従来の技術】本発明に使用される粗木酢液とは、樹 皮、樹木を、また粗竹酢液とは、真竹などの成竹を炭化 するときに発生する煙を冷却してできた水溶液であり、 その化学成分は炭化する原木の種類、竹の種類によって 多少の違いはあるが、粗木酢液の場合、代表的なもの は、酢酸、プロピオン酸、酪酸、メタノール、ホルムア ルデヒド、フェノール、フルフラール、クレゾール、ク レオゾールなどである。粗竹酢液についても、ほぼ同様 の成分である。

【0003】この粗木酢液および粗竹酢液は上記成分に も示したように、生体有害成分としてのホルムアルデヒ ドおよびメタノールを含有しているため、これらの有害 成分を除去しない限り、化粧品、医薬品、食品として使 用できない。

【0004】従来、木酢液、竹酢液を使用した化粧品、 食品添加物などの研究開発がなされてきたが、フェノー ル、タンニン、フラバノールなどの有効成分を取り出 20 し、かつ生体有害成分を除去する方法がなく、化粧品研 究の領域においても木酢液、竹酢液は現在のところ、厚 生省の許認可された製品は市販されていない。

【0005】最近では、木酢液を使用した石けん、化粧 品が市販されているが、通常の方法で製造された化粧品 素材にホルムアルデヒド、メタノールを含んだままの木 酢液を配合しているにすぎない。

[0006]

【発明が解決しようとする課題】木酢液、竹酢液中に は、古くから肌の傷を修復したり、潤いを増すタンニン 類(フェノールもその一成分)が含有されていることは 周知の事実であるが、同時に生体有害成分であるホルム アルデヒド、メタノールが数百ppm含まれており、そ れを化粧品、医薬品、食品として利用するには大きな障 害となっていた。

【0007】また、木酢液にはタールや発癌性物質であ るベンチビレンなどが含まれており、木酢液に関すると れまでの研究開発をみると、これらタールやベンチピレ ンなどの除去、脱臭、脱色についてのものが多い。

【0008】さらに木酢液や竹酢液には、酢酸などの強 酸性物質が数十パーセントも含まれており、木酢液を肌 に塗布したときにヒリヒリする痛みの原因となってい

【0009】本発明は粗木酢液、粗竹酢液中に含まれる 前記生体有害成分を除去し、かつ有効成分を含有する "からだにやさしい"高品質木酢液、高品質竹酢液の原 料を提供するものである。

# [0010]

【課題を解決するための手段】すなわち本発明は、粗木 酢液をpH2.5以下の酸性下で活性炭粉末と接触さ

3

性炭層のホルムアルデヒドおよびメタノールを水で洗浄除去し、更に有効成分をエチルアルコールと酢酸エチルの混合溶媒相に溶出させ、有機溶剤相を蒸発乾固することを特徴とする高品質木酢液原料の製造方法である。

【0011】上記した方法において、エチルアルコールと酢酸エチルの混合比は1:9ないし3:7の範囲であることが好ましい。

【0012】上記した方法で製造した高品質木酢液を40~50%エチルアルコール水溶液または界面活性剤を含有するスクアラン(以下スクアランと略称する)、も 10しくは35~50%グリセリン水溶液に溶解した製品は高品質木酢液化粧品として有用である。

【0013】更に上記方法で製造した高品質木酢液原料は表在性皮膚・粘膜黄色ブドウ球菌、MRSA感染症、表在性皮膚・粘膜緑膿菌感染症および表在性皮膚・粘膜白癬菌症の医薬外用抗菌剤として有用である。

【0014】更に上記方法で製造した高品質木酢液原料の各種病原性微生物に対する抗菌作用を利用する口腔用化粧品として有用である。

【0015】 更に上記方法で製造した髙品質木酢液原料 20 に含有されるフラバノール、フェノールおよびタンニンを含有する食品としても有用である。

【0016】更に本発明の方法によって得られた髙品質 木酢液原料を1~50重量%の範囲で含有する化粧品、 医薬部外品および殺菌用食品添加剤としても有用であ る。

## [0017]

【発明の実施の形態】本発明の高品質木酢液原料の製造に用いられる粗木酢液は、粗木酢液の場合は樹木、樹皮を炭化する過程で得られる乾留液であり、粗竹酢液の場 30 合は成竹を炭化する過程で得られる乾留液であり、通常採用されるどのような製法も利用可能である。

【0018】とのような粗木酢液は通常、前記したような化学成分を含有し、一般的には固型物成分と揮発性成分との合計量として、1.7~2.5重量%程度の化学成分を含有する燻製臭、酸味のある茶褐色の水溶液である

【0019】本発明において、活性炭を使用して高品質木酢液原料を製造するには、粗木酢液100重量部に対し、活性炭0.5~3.0重量部、好ましくは0.5~401.0重量部を加え、十分な撹拌条件下に吸着される。採用される活性炭は通常用いられる高品質のものであれば採用できるが、粗木酢液の吸着時のpHは2.5以下であることが必要である。吸着時のpHが2.5を越える場合は、粗木酢液中の有効成分を効率よく吸着分離する本発明の目的が達成されない。

【0020】活性炭吸着物と粗木酢液の液相とは、通常採用される固液分離機器、例えば、 $0.8\mu$ mのポアザイスを有するフィルターを用いて吸引濾過することによって分離される。分離された活性炭吸着物相は、 $20\sim50$ 

50重量部、好ましくは20~40重量部の精製水中に分散させ、吸引濾過して粗木錯液の活性炭吸着物を得る。

【0021】粗木酢液の活性炭吸着物は、次いで有機溶媒と接触させて粗木酢液中の有用物質を抽出する。本発明において用いられる有機溶媒は、エチルアルコールと酢酸エチルとの混合溶媒であり、場合により本発明の効果を阻害しない範囲で、アセトン、クロロホルム、クロロベンゼン、トルエンなどの有機溶媒を共用することも差支えない。エチルアルコールと酢酸エチルの混合比は、例えば、1:9ないし3:7の範囲の混合溶媒が好ましく用いられる。これらの有機溶媒の使用量は、活性炭吸着物100重量部(水分を除く固型物として換算)に対し250~1000重量部の範囲であり、複数回分割抽出する方法も採用できる。抽出時の温度条件は一般的には常温付近の温度条件でも十分であるが、加温することもできる。

【0022】前記したエチルアルコールと酢酸エチルの混合比において、酢酸エチルの量に対し、エチルアルコールの量が少ない場合には、粗木酢液の有効成分を吸着させた活性炭と酢酸エチルの接触が不十分となり、有効成分が十分に有機溶剤相に移行しない。また、酢酸エチルに対してエチルアルコールの量が多くなると、活性炭に吸着されている木タールが有機溶剤相に移行しやすくなり不都合を生じる。また、規定された量のエチルアルコールを含有することは、使用後の酢酸エチルの蒸留回収を容易にする利点もある。

【0023】活性炭吸着物から粗木酢液の有効成分を有機溶媒によって抽出された有機溶媒相は、吸引濾過法などの常法にしたがって活性炭抽出残相と分離される。分離された有機溶剤相は、次いで例えばロータリエバボーレータなどの採用により蒸発乾固させて粗木酢液から活性炭により吸着分離された高品質木酢液原料が得られる。

【0024】上記した本発明によって製造された高品質 竹酢液原料は、温水、エタノール、ジエチルエーテル、 n-ヘキサン、クロロホルム、酢酸エチル、アセトンな どの有機溶剤によく溶け、ホホバ油、スクアラン、グリ セリンに溶けるものであり、酢酸、プロピオン酸、メチ ルアルコール、ホルムアルデヒド、フルフラールは含有 されない。

【0025】上記した方法によって得られる本発明の高品質木酢液原料は、使用目的に応じて上記の溶剤に溶解して利用される。例えば高品質木酢液化粧品としては、40~50重量%濃厚のアルコール水溶液とし、クレンジングフォーム、化粧水、乳液、エッセンス、毛髪料、ボデー用として用いられる。また、スクアランに溶解してクリーム、乳液、ジェル、メークアップ用などとして用いられる。

【0026】髙品質木酢液原料をスクアランに均一に溶

解するためには、界面活性剤の存在下に溶解させることが好ましい。この場合における好ましい存在量はスクアラン100重量部に対して1重量部以下、更に好ましくは0.5重量部以下の量である。

【0027】通常用いられる界面活性剤としては、生体 への影響を考慮して天然界面活性剤の利用が好ましく、 大豆:レシチン、卵黄:ホスファジルセリン、ホスファ ジルエタノールアミン、ホスファジルコリン等を挙げる ことができる。また、通常用いられるアニオン界面活性 剤:高級脂肪酸石けん、アルキル硫酸エステル、ポリオ 10 キシエチレンアルキル硫酸塩、アシルN-メチルタウリ ン塩、アルキルエーテルリン酸エステル塩、N-アシル アミノ酸塩、カチオン界面活性剤:塩化アルキルトリメ チルアンモニウム、塩化ジアルキルジメチルアンモニウ ム、塩化ベレザルコニウム、両性界面活性剤:アルキル ジメチルアミン酢酸ベタイン、アルキルアミドジメチル アミノ酢酸ベタイン、2-アルキル-N-カルボキシー N-ヒドロキシイミダゾリニウムベタイン、非イオン界 面活性剤:ポリオキシエチレン型、多価アルコールエス ク共重合体高分子界面活性剤:が挙げられる。

【0028】また、高品質木酢液原料の抗菌作用を利用 する場合には、通常軟膏の形態で用いられる。あるいは クリーム状、ゼリー状の形態で使用される。

【0029】上記した化粧品、医薬外用抗菌剤、あるいは食品添加剤として用いる場合の高品質木酢液の含有量は、通常の0.1~50重量%、より一般的には1.0~3.0重量%の範囲である。

[0030]

【実施例】以下、実施例を挙げて本発明を更に説明し、 同時に本発明の製造方法によって得られる高品質木酢 \* \*液、高品質竹酢液原料の有用性について説明する。 【0031】実施例1

使用した粗木酢液は表1に示したような有害物質を含む ものである。粗木酢液100重量に活性炭(武田薬品

(株)製、商品名白鷺2重量部を添加し常温下に十分攪拌して租木酢液中の有効成分を吸着させた。混和時の水溶液相のpHは、2.4であった。一夜静置後、0.8μmのポアサイズを有するフィルターを用いて吸引濾過し、活性炭吸着物を得た。この活性炭吸着物に、水10重量部を添加活性炭吸着物を解砕して均一相とした後、再度吸引濾過して洗浄活性炭吸着物を得た。

【0032】次いで、この吸着物にエチルアルコールー酢酸エチルの1:4混和物100重量部を添加し、解砕して均一物とした後、前述のフィルターを用いて吸引濾過し、有用物質を混合液相に抽出、移行させた。ここで分離された吸着物は、再度同量の混合液で解砕、均一物としたのち、固液分離した。

N-ヒドロキシイミダゾリニウムベタイン、非イオン界 【0033】得られた2つの抽出液は混合し、ロータリ 面活性剤:ポリオキシエチレン型、多価アルコールエス - エバポレータで蒸発乾固させて高品質酢液原料を得 テル型、エチレンオキシド・プロビレンオキシドブロッ 20 た。この製造方法で得られる高品質木酢液原料は粗木酢 次100mlに対して通常0.76~0.80gの範囲 であった。

【0034】得られた高品質木酢液原料の化学成分を分析し、原料粗木酢液の化学成分と共に表1に併記した。 【0035】比較例1

実施例1で使用したエチルアルコール-酢酸エチル

(1:4)の代わりにエチルアルコールーアセトン

(1:4)を使用して抽出し実施例1と同様に処理した。

[0036]

【表1】

化学成分	単 位	粗木酢液	実施例 1	比較例
酢酸	%	2. 10	検出せず	検出せず
プロピオン酸	%	0.13	検出せず	検出せず
メチルアルコール	%	0.20	検出せず	検出せず
ホルムアルデヒド	ppm	510	検出せず	検出せず
グアヤコール	ppm	230	226	62, 0
フェノール	ppm	290	260	140
フルフラール	ppm	580	検出されず	検出せず
クレオゾール	ppm	160	140	126
oークレゾール	ppm	50	48	26
m-クレゾール	ppm	6 4	56	3 0
pークレゾール	ppm	48	4 2	2 7
全フェノール	mg/dl	4.26	4.02	2.82
フラパノール	77	7.14	6.58	2. 98
タンニン	<b>"</b>	5.76	5. 25	4. 55

の50%エチルアルコール溶液に溶解して測定した液の化学成分。

【0037】高品質木酢液の抗菌作用。

【0038】粗木酢液100mlを使用して、実施例1 にしたがって製造した高品質木酢液原料を、50%エチルアルコール溶液100mlに溶解した高品質木酢液の 抗菌作用を検討した。その結果を表2に示す。表2の%\* \*は50%エチルアルコール水溶液の有効稀釈濃度を示す。

[0039]

【表2】

菌名	高品質木酢液の抗菌作用を示す濃度(%)		
Staphyloccous aureus	3. 12		
MRSA	3. 12		
Pseudomonas aeruginosa	6. 26		
Cndida albicans	12. 5		
Trichophyton mentagrophytes	0.78		
病原性大腸菌O-157	3. 12		

表在性皮膚・粘膜感染症の原因菌であるブドウ球菌類(Staphyloccous arureusu,MRSA)に対して商品質木酢液は3.12%以上で、緑腺菌(Pseudomonasaeruginosa)に対しては6.24%以上で、カンジダ・アルビカンスに対しては12.5%以上で、白癬菌(Trichophyton mentagrophytes)に対しては0.75%以上で、病原菌大腸菌〇-157に対しては、3.12%以上で、食中毒の代表菌である病原菌大腸菌〇-157に対して3.12%以上の濃度で、それぞれ抗菌作用を認めた。この結果、高品質木酢液はホルムアルデヒド、メタノールを含有せず、ある種の病原性微生物に対して抗菌作用を示すことから、これら病原性微生物を原因菌とする表在性皮膚・粘膜感染症の外用治療剤や食品類の天然の安全な殺菌剤として期待できる。

#### 【0040】応用例2

地上には、250~400nmの幅広い領域の紫外線が到達している。との紫外線の有毒作用として、皮膚の紅斑、日焼け、黒化、皮膚の老化などが知られている。50%エチルアルコール溶液に溶解した高品質木酢液を、エチルアルコールで希釈し、波長200~400nmの吸光度を測定し、紫外線吸収能を調査した結果を図1に示す。高品質木酢液には、波長270~280nmに最大吸光度を示す成分が含まれており、この物質はUV-Bの紫外線を吸収する能力を有するものであり、標準物

質を用いての吸収曲線の特徴からフェノール系の物質と 同定される。

【0041】なお、高品質木酢液を配合した化粧品製剤 に更に幅広い紫外線吸収能を持たせるためには、パルソ ールAなどの320~380nmに最大吸光度をもつ紫 外線吸収剤を添加することもできる。

【0042】応用例3

前記高品質木酢液の製造方法にしたがって製造した高品質木酢液原料を下記A)およびB)のようにスクアランに溶解し、化粧品配合材料としたもの(高品質木酢液スクアラン溶液)を、白色ワセリン97重量部に対し、高品質木酢液スクアラン溶液3重量部の割合で温度75~80℃で加熱混合し、高品質木酢液ワセリン軟膏を作成し、その安全性を確認するためヒトバッチテストを行った。被検者は男女計43例であった。試験部位は上背部とし、試験方法は昭和62年8月18日付連絡の厚生省「新規原料を配合した化粧品の製造、または輸入申請に添付すべき安全性資料の範囲について」の新規原料の安40全性を確保するための試験項目(ガイドライン)のヒトバッチテストにしたがった。その試験結果を表3に示した。

[0043]

【表3】

	試料塗布部位の紅斑、浮腫の陽性例 試料名		
,	A	В	
被検者数 男性 2 2 名	01), (0) 1)	0, (0)	
女性20名	0 , (0)	0, (0)	

A) 粗木酢液100mlを、活性炭に吸着させて製造した高品質木酢液原料を、天然界面活性剤として大豆レシチン0.5gの存在下にスクアラン100mlに溶解したもの。

【0044】B) はAの試料3 m l と白色ワセリン97gを配合したもの。

【0045】1) 紅斑陽性例

### 2) 浮腫陽性例

表3に示したように、高品質木酢液スクアラン溶液、高 20 品質木酢液ワセリン軟膏ともに試料塗布部位に紅斑、浮 腫などの皮膚の変化は認められなかった。この結果より、高品質木酢液スクアラン溶液および高品質木酢液ワセリン軟膏は、ヒト皮膚に対する安全性が認められたことを示す。

## 【0046】応用例4

粗木酢液は種々の病原性微生物に対して抗菌作用を持ち、これより精製した商品質木酢液も濃度差はあるものの、粗木酢液同様、ある種の病原性微生物に対して抗菌作用を示すことが確認されている(前記表2)。

【0047】 微生物同定試験でTrichophyton mentagrophytes によると診断された足指間白癬菌症男性5名に対し、応用例3のBで製造された高品質木酢液ワセリン軟育を1日2回(夕方は風呂上りの就寝時)患部に擦り込むように塗布させた。当初5症例とも患部はびらんを起こしており、掻痒感を訴えていた。効果の判定は2週間目に肉眼的観察と各症例者の訴えによって行った。

【0048】各症例とも掻痒感は消失し、幹部のびらん も消失し、瘢痕も認められなかった。

【0049】従来、頑固な足指間白癬菌症(通称水虫)の治療剤として副腎皮質ホルモンが使用されているが、一度完治したかのように見えるが更に症状が悪化し、患部への色素沈着や患部の皮膚の亀裂や、異常乾燥、炎症の悪化、角質増生が認められることがしばしばある。このような症状の悪化は、アトピー性皮膚炎に対しステロイド療法(幹部に副腎皮質ホルモンを塗布)を施行している患部でも同様である。

【0050】高品質木酢液ワセリン軟膏は、上記したように副腎皮質ホルモンと異なり、副作用のない安全な白癬菌症やアトピー性皮膚炎の治療剤としても期待が大き

670

#### 応用例5

カカトのヒビ割れの防止用や、ヒビ割れの肌の修復のための高品質木酢液ワセリン軟膏や化粧用油 (オイルタイブ)を製造する場合。

【0051】高品質木酢液スクアラン(応用例3のAの製品)3mlに白色ワセリン97gを温度75~80℃で加熱しながら十分混合した。好みに応じて軟らかさを増すためには、白色ワセリンを減量し、高品質木酢液を含まないスクアランやホホバ油を加えることも可能である。

【0052】化粧用油(オイルタイプ)では、流動パラフィン30g、オリーブ油50ml、商品質木酢液スクアラン(実施例3のAの製品)3ml、通常のスクアラン17ml配合したものを温度70~85℃で加熱して十分混合した。これに好みの香料を加えることも可能である。

#### 【0053】応用例6

ひげ剃り用化粧料の製造にあっては、実施例1で製造した高品質木酢液原料を精製水を加えて加温しながら溶解する。加える精製水の量は、使用した粗木酢液と同じ量である。

【0054】グリセリン40ml、高品質木酢液水溶液3mlに精製水55mlを加えて十分混合する。この液は無臭、無色透明なため、好みに応じて香料、色素を加えることが可能である。

### [0055]

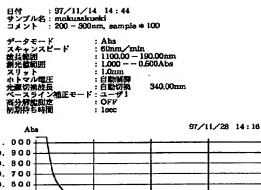
【発明の効果】本発明によれば、粗木酢酸に活性炭粉末と混合することにより木酢液の有効性分を活性炭に吸着させ、次いでエチルアルコールと酢酸エチルの混合溶媒で活性炭粉末に吸着された有効成分を抽出することにより、酢酸エチル単独あるいは他の有機溶媒系よりも接触状態が良好となり、抽出が効率良く遂行できると共に、例えば木タール等の無効成分の抽出を低減し、粗木酢液中の有効成分を含有する化粧品、医薬品、食品の配合剤として使用可能な高品質木酢液原料を効率良く製造することができる。

# 【図面の簡単な説明】

50 【図1】実施例1で得られた高品質木酢液の吸収スペク

トルである。

(図1)



1. 000 0. 900 0.800 0.700 0. 800 0. 500 0. 400 0. 300 0. 200 0. 100 0. 000 -0.100-350.00 400.00 200.00 250.00 300.00

【手続補正書】

【提出日】平成11年3月23日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

【補正内容】

### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 粗木酢液をpH2.5以下の酸性下で活性炭粉末と接触させ、粗木酢液中の有効成分を活性炭に吸着させた後、活性炭層のホルムアルデヒドおよびメタノールを水で洗浄除去し、更に有効成分をエチルアルコールと酢酸エチルの混合比が1:9ないし3:7の範囲である混合溶媒相に溶出させ、有機溶剤相を蒸発乾固することを特徴とするメチルアルコールおよびホルムアルデヒドを含まない高品質木酢液原料の製造方法。

【請求項2】 請求項1で製造した髙品質木酢液原料を40~50%エチルアルコール水溶液に溶解したことを特徴とする髙品質木酢液化粧品。

【請求項3】 請求項1で製造した高品質木酢液原料を 界面活性剤を含有するスクアランで溶解したことを特徴 とする高品質木酢液化粧品。

【請求項4】 請求項1で製造した高品質木酢液原料の 抗菌作用を利用する表在性皮膚・粘膜黄色ブドウ球菌、 MRSA感染症の医薬外用抗菌剤。

【請求項5】 請求項1で製造した高品質木酢液原料の

抗菌作用を利用する表在性皮膚・粘膜緑膿菌感染症の医薬外用抗菌剤。

【請求項6】 請求項1で製造した高品質木酢液原料の 抗菌作用を利用する表在性皮膚・粘膜白癬菌症の医薬外 用抗菌剤。

【請求項7】 請求項1で製造した高品質木酢液原料の各種病原性微生物に対する抗菌作用を利用する□腔用化粧品。

【請求項8】 請求項1で製造した高品質木酢液原料を 0.1~50重量%範囲で含有することを特徴とする化 粧品。

【請求項9】 請求項1で製造した高品質木酢液原料を $0.1\sim50$ 重量%範囲で含有することを特徴とする医薬部外品。

【請求項10】 請求項1で製造した高品質本酢液原料を1~50重量%の範囲で含有することを特徴とする殺菌用食品添加材。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0010

【補正方法】変更

【補正内容】

[0010]

【課題を解決するための手段】すなわち本発明は、粗木 酢液をpH2.5以下の酸性下で活性炭粉末と接触さ せ、粗木酢液中の有効成分を活性炭に吸着させた後、活性炭層のホルムアルデヒドおよびメタノールを水で洗浄除去し、更に有効成分をエチルアルコールと酢酸エチルの混合比が1:9ないし3:7の範囲である。混合溶媒相に溶出させ、有機溶剤相を蒸発乾固することを特徴とするメチルアルコールおよびホルムアルデヒドを含まない高品質木酢液原料の製造方法である。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書 【補正対象項目名】0031

【補正方法】変更

【補正内容】

【0031】実施例1

使用した粗木酢液は表1に示したような有害物質を含むものである。粗木酢液100重量に活性炭(武田薬品(株)製、商品名白鷺)2重量部を添加し常温下に十分 攪拌して粗木酢液中の有効成分を吸着させた。混和時の 水溶液相のpHは、2.4であった。一夜静置後、0.8μmのポアサイズを有するフィルターを用いて吸引濾 過し、活性炭吸着物を得た。この活性炭吸着物に、水10重量部を添加活性炭吸着物を解砕して均一相とした後、再度吸引濾過して洗浄活性炭吸着物を得た。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0034

【補正方法】変更

【補正内容】

【0034】得られた高品質木酢液原料の化学成分を<u>衛生試験法・注解1990付、追補(1995)生活用品試験法「香料試験法」記載の各種試験法に従って</u>分析し、原料粗木酢液の化学成分と共に表1に併記した。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書 【補正対象項目名】0037

【補正方法】変更

【補正内容】

【0037】応用例1

高品質木酢液の抗菌作用